

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-031447

(43)Date of publication of application : 04.02.1997

(51)Int.Cl.

C09K 3/14  
B24D 3/00

(21)Application number : 07-188979

(71)Applicant : DENKI KAGAKU KOGYO KK

(22)Date of filing : 25.07.1995

(72)Inventor : SUZUKI MASA HARU  
OKAMOTO TETSUYA  
NIKAIDO TOMOKI

## (54) GRINDING GRAIN

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a grinding grain composed of a grinding grain of boron nitride of multicrystal cubic having a specific aluminum content and a grinding grain of boron nitride of monocrystal cubic, having a stable and small grinding resistance, excellent in abrasion resistance and useful for a metal-bond grind stone, an electro plated grind stone, etc.

SOLUTION: This grinding grain is composed of (A) a boron nitride grinding grain of multicrystal cubic whose aluminum content is  $\leq 10$ ppm and (B) a boron nitride grinding grain of monocrystal cubic. For instance, the component B is contained in an amount of 20-90wt.% based on the total of the grinding grains. The component A is obtained e.g. by treating a thermally decomposed boron nitride having a magnesium content of  $\leq 1$ ppm by using a unit made of a highly pure semiconductor grade carbon of  $\geq 99.9\%$  combinedly used as a reaction section and a heater, etc., and wrapped with a tantalum foil at high temperature under high pressure in a stable region of the cubic boron nitride.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-31447

(43) 公開日 平成9年(1997)2月4日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C09K 3/14	550		C09K 3/14	550 D C1
B24D 3/00	320		B24D 3/00	320 B

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全5頁)

(21) 出願番号 特願平7-188979

(22) 出願日 平成7年(1995)7月25日

(71) 出願人 000003296

電気化学工業株式会社

東京都千代田区有楽町1丁目4番1号

(72) 発明者 鈴木 正治

東京都町田市旭町3丁目5番1号 電気化学工業株式会社総合研究所内

(72) 発明者 岡本 哲也

東京都町田市旭町3丁目5番1号 電気化学工業株式会社総合研究所内

(72) 発明者 二階堂 知己

東京都町田市旭町3丁目5番1号 電気化学工業株式会社総合研究所内

(54) 【発明の名称】 砥 粒

(57) 【要約】

【課題】 研削抵抗が安定して小さく、しかも耐摩耗性に優れた高性能の研削砥石の製作が可能となる砥粒を提供すること。

【解決手段】 アルミニウム含有量10PPM以下である多結晶型立方晶窒化ほう素砥粒と単結晶型立方晶窒化ほう素砥粒とを含むことを特徴とする砥粒。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 アルミニウム含有量 10 PPM 以下の多結晶型立方晶窒化ほう素砥粒と単結晶型立方晶窒化ほう素砥粒とを含むことを特徴とする砥粒。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は研削砥石用の砥粒に関するものである。本発明の砥粒が応用される研削砥石としては、特に鉄系金属加工用の重研削、高速研削用のメタルボンド砥石、電着砥石、ピトリファイド砥石等が

## 【0002】

【従来の技術】 窒化ほう素の高圧相である立方晶窒化ほう素 (c BN) はダイヤモンドに次ぐ硬さと熱伝導率を有し、鉄系金属と反応しないというダイヤモンドにはない特徴を持つことから鉄系金属の研削加工用砥粒としての利用が進められている。

【0003】 近年の研削加工は、省力化、無人化の方向にある。その具体例は、重研削、高速研削であるが、このような過酷な研削条件下では砥石の切れ味が悪いと研削抵抗が大きくなり、工作機械へ大きな負荷がかかる。このため、工作機械の高剛性化や高能力化が実施されているが省力化の面から好ましくなく、切れ味が良く研削抵抗を安定して小さく、しかも耐摩耗性に優れた砥石が待ち望まれている。

【0004】 一般に c BN 砥石の研削抵抗は、「c BN ホイール研削加工技術」(1988 年 工業調査会発行)でも紹介されているように砥石の使用初期に著しく高いことが知られている。

【0005】 c BN 砥石に用いられる c BN 砥粒を大別すると、多結晶型と単結晶型の 2 種類のものがある。多結晶型 c BN 砥粒は、微細な c BN 結晶粒子が互いに強固に結合した多結晶構造を有するため、粒子一つが単結晶により構成される単結晶型 c BN 砥粒のようにへき開などの大破壊を起こさず高い強度を示す。そのため、砥石として使用した場合に優れた耐摩耗性を示す。多結晶型 c BN 砥粒は、特公昭 63-44417 号公報及び特願平 6-82981 号明細書にも述べられているように、触媒を用いない無触媒直接転換法によって合成された c BN 焼結体を所望の粒度に粉碎することによって製造される。しかし、このような多結晶型 c BN 砥粒であっても実際に重研削、高速研削などの過酷な条件下で砥石として用いると、耐摩耗性には優れるがドレッシング後の初期の研削抵抗が著しく高くなってしまいう問題があった。

【0006】 一方、単結晶型 c BN 砥粒は、基本的に粒子一つが単結晶により構成されているので、耐摩耗性には劣るが、へき開などの大破壊を起こすので鋭利なへき開面が刃先にでやすく切れ味に優れるという特徴がある。単結晶型 c BN 砥粒は、特公昭 38-14 号公報にも述べられているように触媒を用いて合成された c BN 焼結

体から製造される。しかし、このような単結晶型 c BN 砥粒であっても実際に重研削、高速研削などの過酷な条件下で砥石として用いると、ドレッシング後の初期の研削抵抗はかなり高く、また砥粒強度が小さく目こぼれが起こるためか研削の進行にともない一旦低下した研削抵抗が再度上昇し、頻繁に再ドレッシングを行なわなければならないという問題があった。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、重研削、高速研削などの過酷な使用条件下で研削抵抗が安定して小さく、特に初期の研削抵抗を小さくし、しかも耐摩耗性の大きい研削砥石を製作することのできる砥粒を提供することにある。

【0008】 本発明者らは、研削抵抗が安定して小さく、しかも耐摩耗性の大きい砥粒を開発すべく種々検討した結果、アルミニウム含有量を制御した多結晶型 c BN 砥粒と単結晶型 c BN 砥粒を含む砥粒を用いた砥石が研削抵抗が安定して小さくなり、しかも耐摩耗性に優れることを見だし、本発明を完成させたものである。

【0009】 すなわち、アルミニウム含有量の異なるさまざまな多結晶型 c BN 砥粒と単結晶型 c BN 砥粒を種々の比率で含有させた砥石で実際に重研削を行い研削の前後で砥石表面に突き出している砥粒一つ一つの状態を観察した結果、(1) アルミニウム含有量 10 PPM 以下の多結晶型 c BN 砥粒は摩滅や大破壊が起きていないこと、(2) アルミニウム含有量 10 PPM 以下の多結晶型 c BN 砥粒で囲まれている単結晶型 c BN 砥粒はそれを単独で用いた場合に比べて摩滅や大破壊が起きておらず鋭利な刃先が保たれていること、を見出した。また、実施例で詳述するように、アルミニウム含有量 10 PPM 以下の多結晶型 c BN 砥粒又は単結晶型 c BN 砥粒を単独で用いた砥石に比べて初期の研削抵抗が著しく小さくかつ安定し、しかも耐摩耗性もアルミニウム含有量 10 PPM の多結晶型 c BN 砥粒を単独で用いた場合に比べて遜色のないことを見出したものである。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】 すなわち、本発明は、アルミニウム含有量 10 PPM 以下の多結晶型 c BN 砥粒と単結晶型 c BN 砥粒とを含むことを特徴とする砥粒である。

## 【0011】

【発明の実施の形態】 以下、本発明についてさらに詳しく説明する。

【0012】 本発明において、多結晶型 c BN 砥粒中のアルミニウム分は、たとえば多結晶型 c BN 砥粒表面に付着する不純物を酸処理、純水処理などで除いた後、炭酸ソーダで溶融分解処理し、微量金属不純物の定量分析法として広く一般に行なわれているプラズマ発光分光法などで定量することができる。また、多結晶型 c BN 砥粒のアルミニウムの存在形態は、たとえば微小部分分析装

置付き透過電子顕微鏡による成分分析及構造解析を併用することによって行なうことができる。

【0013】本発明において、多結晶型 c BN 砥粒のアルミニウム含有量を 10 PPM 以下と限定したのは、10 PPM を越えるアルミニウム含有量の多結晶型 c BN 砥粒では靱性が低いためか、単結晶型 c BN 砥粒と混合し砥石とした場合に耐摩耗性が著しく低下するからである。

【0014】本発明で使用するアルミニウム含有量 10 PPM 以下の多結晶型 c BN 砥粒は、たとえば以下の10ようにして入手することができる。すなわち、多結晶型 c BN 焼結体は上記したように、触媒を用いない無触媒直接転換法によって合成された c BN 焼結体を所望の粒度に粉砕することによって製造することができる。その直接転換 c BN 焼結体の合成法は、広く一般に知られており、例えば特公昭63-394号公報に述べられているように、熱分解窒化ほう素を c BN の安定領域である高温／高圧下で処理することである。ただし、本発明においては、原料、高温／高圧下を発生する反応室を以下に述べるように精密に制御して純度を制御した c BN 焼結体を得る必要がある。

【0015】まず、原料や反応室にアルミニウムを含まない高純度のものを用いる。原料や反応室及びその周辺部にアルミニウムが含まれると合成中に生成する c BN 焼結体内部にそれが拡散し不純物として取り込まれる。そのため、原料としては熱分解窒化ほう素などの高純度の低圧相窒化ほう素を用いる。低圧相窒化ほう素のアルミニウム含有量は 1 PPM 以下であることが好ましい。また、高温／高圧処理過程で汚染がおきないように反応室内に原料を充填する際には BN と反応せず不純物のゲッターとなる高純度のタンタル等の金属箔で包んでおくことが好ましい。

【0016】反応室の材質についてもアルミニウムを含まない純度の高いものを用いる。すなわち、原料を充填する反応室兼加熱用ヒーターとしては半導体グレード 99.9% 以上の高純度カーボンを用いることが好ましい。一方、カーボンヒーターの外側とガasket の間に位置するスリーブについてもアルミニウムを含まないものを用いる。もし、スリーブにアルミニウムが多く含まれているとアルミニウムが高温下で反応室材質であるカーボン中を容易に拡散透過して内部の原料及び生成した c BN を汚染する。通常、スリーブとしては天然鉱物であるパイロフィライト、タルクもしくはそれらの焼成物、更には NaCl 粉末の成形体などが使用されている。しかしながら、天然鉱物であるパイロフィライト、タルク及び NaCl には 100 PPM 以上のアルミニウムが含まれているので本発明には不適當な材質である。本発明で使用する c BN 焼結体を製造するためには、アルミニウム含有量 1 PPM 以下の材質たとえば高純度の熱分解窒化ほう素の粉末成形体をスリーブとして用い

る。

【0017】合成された c BN 焼結体から、多結晶型 c BN 砥粒を製造するには、c BN 焼結体を粉砕・分級し、所望の粒度のものを選別する。粉砕にはロールクラッシャーなどの一般の粉砕機を用いれば良く、また分級には篩を用いれば良い。

【0018】本発明で使用する単結晶型 c BN 砥粒とは、基本的に粒子一つが一つの単結晶により構成されるものであるが、完全な単結晶ばかりを指すものではなく、双晶や数十  $\mu\text{m}$  単位の大きな一次結晶粒子が結合したのも含まれる。

【0019】本発明で使用する単結晶型 c BN 砥粒は、広く一般に市販されているので、市場で入手することもできるし、また、特公昭38-14 号公報にも述べられているように、六方晶系の窒化ほう素に触媒を加え c BN の安定領域である高温／高圧下で処理することによっても得ることができる。

【0020】本発明の砥粒は、上記したアルミニウム含有量 10 PPM 以下の多結晶型 c BN 砥粒と単結晶型 c BN 砥粒とを一般的な方法で混合することによって製造することができる。混合に際しては、ミキサーやホモジナイザーを用いると均一な混合物が得られるので好適である。また、ダイヤモンド、アルミナ、シリコンカーバイド等の第三成分を加えることもできる。

【0021】多結晶型 c BN 砥粒と単結晶型 c BN 砥粒の混合比としては、砥粒全体に占める単結晶型 c BN 砥粒の比率が 20 ~ 90 重量%であることが好ましい。単結晶型 c BN 砥粒の比率が 20 重量%未満では研削抵抗の改善効果が小さくなり、また 90 重量%を越えると耐摩耗性の改善効果が小さくなる。

【0022】

【作用】本発明の砥粒を用いた砥石が、研削抵抗が安定して小さくかつ耐摩耗性に優れる理由としては以下のことが考えられる。

【0023】まず、研削抵抗が安定して小さい理由は次のように考えられる。研削抵抗は、たとえば「研削加工と砥粒加工」(1984年 共立出版発行)でも述べられているように、研削に作用する砥石表面上の砥粒先端の鋭さが大きく影響することが知られている。すなわち、砥石表面に存在する砥粒の先端が鋭利なほど研削抵抗が小さくなる傾向がある。単結晶型 c BN 砥粒は、へき開破壊により砥粒先端が鋭利になりやすいが、強度が劣るため研削中に大破壊を起こし研削に作用する砥粒数が減少してしまう。一方、多結晶型 c BN 砥粒は、強度が大きいいため作用砥粒数の減少は小さいが、大きな破壊が起きにくく摩滅的に摩耗するため形状が鋭利にならない。砥石表面に両砥粒が共存すると、強度の大きい多結晶型 c BN 砥粒によって単結晶型 c BN 砥粒が保護されるような状態となるため、鋭利な刃先を有する単結晶型 c BN 砥粒の切れ刃数の減少が小さくなる。また、同時

に、多結晶型cBN砥粒の先端には、多結晶型cBN砥粒のみを用いた場合よりも大きな負荷がかかるため適度な破壊が起こり、通常多結晶型cBN砥粒では起こりにくい鋭利な切れ刃の生成が起こるものと思われる。このように、両砥粒が砥石表面に共存すると両砥粒の相乗効果によって切れ味に優れる鋭利な砥粒刃先が多く発生し研削抵抗が安定して小さくなるものと考えられる。

【0024】次に、多結晶型cBN砥粒を単独に用いた場合と遜色のない優れた耐摩耗性を示す理由としては以下のことが考えられる。本発明の砥粒を用いた砥石の表面には強度が大きく耐摩耗性の大きい多結晶型cBN砥粒と、強度の小さい単結晶型cBN砥粒が混ざり合った状態で、多数、砥粒の一部を突き出した状態で存在している。研削前には、両者の突き出し高さはほぼ同一であるが、研削中にはこれらの砥粒の先端部には被削材との衝突で衝撃的な力が作用する。研削を開始するとその初期には両者に同等の衝撃力が作用する。しかしながら、単結晶型cBN砥粒はへき開破壊を起こしやすいために先端部が破壊し突き出し高さが低くなるのに対し、多結晶型cBN砥粒は強度が大きいためその突き出し高さをある程度保持している。単結晶型cBN砥粒の周りにそれよりも突き出した多結晶型cBN砥粒が存在するために単結晶型cBN砥粒に作用する衝撃力は小さくなり、単結晶型cBN砥粒の先端部の破壊はそれ以上進まなくなる。また、多結晶型cBN砥粒にとっても、周囲に切れ味に優れた単結晶型cBN砥粒がある程度の突き出し高さを維持した状態で存在しているので負荷が低減され、両砥粒の相乗効果によって砥石の耐摩耗性が向上するものと思われる。

【0025】

【実施例】次に、実施例を挙げてさらに具体的に本発明を説明する。

【0026】実施例1～8 比較例1～3

特願平6-82981号明細書に述べられている方法を用い、さまざまなアルミニウム含有量の多結晶型cBN砥粒を以下に従って製造した。

【0027】すなわち、さまざまなアルミニウム含有量を持つ熱分解窒化ほう素板を合成して原料とした。原料の熱分解窒化ほう素板から外径30mm、厚さ2mmの

円板を20枚切りだして積み重ねた後、タンタルの金属箔で包んでカーボンチューブ内に充填した。このカーボンチューブは反応室兼加熱用ヒーターとして機能するのであり、半導体グレード99.9%以上の高純度カーボンで製作されているものである。

【0028】一方、カーボンチューブの外側と固体ガスケット間のスリーブとして、アルミニウム含有量1PPMの熱分解窒化ほう素粉末の成型体を配置した。スリーブの内径及び外径はそれぞれ34mm、50mmである。これらを内径60mmのフラットベルト型超高温高温発生装置に充填し、温度2080℃、圧力7.7GPa下、150分間処理して無触媒直接転換法による多結晶型cBN焼結体を合成した。これをロールクラッシャーで粉碎した後、分級して100/120メッシュの砥粒を選別した。

【0029】この砥粒から、JIS R6003の方法で1.2gをサンプリングし、砥粒表面の不純物を酸処理と純水洗浄で除去してから炭酸ソーダによるアルカリ溶融処理し、プラズマ発光分光法でアルミニウムの含有量を測定した。その結果を表1に示す。

【0030】次に、単結晶型cBN砥粒として市販品〔ゼネラルエレクトリック社製「ボラゾンTYPE I」（粒度100/120メッシュ）〕を入手し、上記の多結晶型cBN砥粒と所望の混合比（重量比）でロッキングミキサー（愛知電機商事社製）を用いて混合した。

【0031】混合された砥粒から100カラットを抜き出し、直径200mm、厚さ10mm、集中度100のメタルボンド砥石を作製した。この砥石を用い平面プランジカット法で研削試験を行い、研削抵抗として各研削体積における砥石軸電流値及び砥石摩耗量を測定した。それらの結果を表1に示す。なお、試験に用いた被削材は高速度工具鋼SKH-51（ロックウェル硬度：65度）であり、研削条件は砥石周速度1800m/min、被削材送り速度9m/min、砥石切込み量20μmである。

【0032】

【表1】

		混合比（％）		多結晶型 c B N砥 粒のアル ミニウム 含有量（ PPM）	研削性能			
		多結晶 型c B N砥粒	単結晶 型c B N砥粒		研削抵抗（砥石電流）			砥 石 摩耗量  （μm）
					初期値 （A）	中期値 （A）	後期値 （A）	
実 施 例	1	90	10	非検出	9	7	6	1
	2	80	20	非検出	9	7	6	1
	3	50	50	非検出	9	6	6	2
	4	50	50	5	8	6	5	2
	5	50	50	10	7	6	5	3
	6	25	75	非検出	8	5	5	4
	7	10	90	非検出	8	5	5	5
	8	5	95	非検出	9	6	7	8
比 較 例	1	100	0	非検出	15	7	6	1
	2	0	100	-	13	6	9	18
	3	50	50	12	13	6	8	14

(注) 研削抵抗の初期値 :  $10 \text{ mm}^3 / \text{mm}$  研削後の値

研削抵抗の中期値 :  $5, 000 \text{ mm}^3 / \text{mm}$  研削後の値

研削抵抗の後期値 :  $10, 000 \text{ mm}^3 / \text{mm}$  研削後の値

【 0 0 3 3 】

【発明の効果】 本発明の砥粒によれば、研削抵抗が安定

して小さく、しかも耐摩耗性に優れた高性能な研削砥石を製作することができる。